

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 09-253643

(43)Date of publication of application : 30.09.1997

(51)Int.Cl.

C02F 1/42  
B01J 47/02  
B01J 47/06

(21)Application number : 08-066270

(71)Applicant : KURITA WATER IND LTD

(22)Date of filing : 22.03.1996

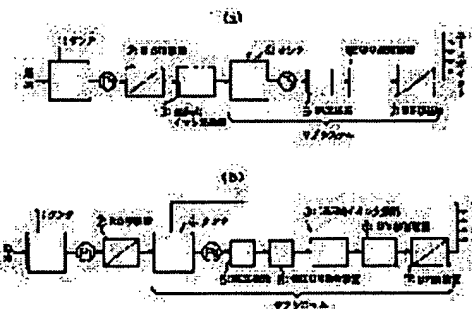
(72)Inventor : OSAWA KIMINOBU

## (54) DEIONIZED WATER MAKING METHOD

### (57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To prevent the generation of live bacteria within a mixed bed type ion exchanger by passing hot water through the mixed bed type ion exchanger having a cation exchange resin and an anion exchange resin built therein and subsequently passing raw water through the mixed bed type ion exchanger to produce deionized water.

**SOLUTION:** In producing deionized water by passing raw water through a mixed bed type ion exchanger 3, hot water is passed through the mixed bed type ion exchanger 3 packed with a cation exchange resin and an anion exchange resin to subject the ion exchanger 3 to sterilization treatment. In this hot water sterilization treatment, at a time of the rising of an apparatus, for example, a sub-system is sterilized by hot water of 80-90°C. At this time, the permeated water (hot water of 80-90°C) of a UF membrane apparatus 7 is circulated to the inlet of the mixed bed type ion exchanger 3 without being discharged out of the system to sterilize the mixed bed type ion exchanger 3. By this constitution, the mixed bed type ion exchanger 3 can be sterilized along with the sterilization of the sub-system.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 03.03.2000

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 3468259

[Date of registration] 05.09.2003

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平9-253643

(43) 公開日 平成9年(1997)9月30日

| (51) Int.Cl. <sup>6</sup> | 識別記号 | 庁内整理番号 | P I           | 技術表示箇所 |
|---------------------------|------|--------|---------------|--------|
| C 0 2 F 1/42              |      |        | C 0 2 F 1/42  | B      |
| B 0 1 J 47/02             |      |        | B 0 1 J 47/02 | B      |
| 47/06                     |      |        | 47/06         |        |

審査請求 未請求 請求項の数 1 O L (全 5 頁)

(21) 出願番号 特願平3-66270

(22) 出願日 平成8年(1996)3月22日

特許法第30条第1項適用申請有り 平成7年(1995)12月11日発行の化学工業日報に掲載

(71) 出願人 000001063

栗田工業株式会社

東京都新宿区西新宿3丁目4番7号

(72) 発明者 大澤 公伸

東京都新宿区西新宿3丁目4番7号 栗田

工業株式会社内

(74) 代理人 弁理士 重野 剛

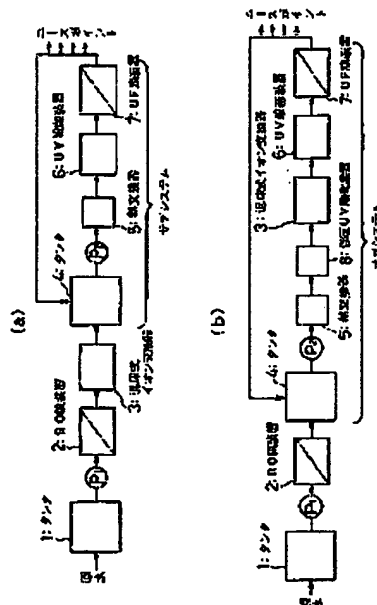
(54) 発明の名称 脱イオン水製造方法

(57) 要約

【課題】 混床式イオン交換器を用いて脱イオン水を製造するに当り、混床式イオン交換器での生菌の発生を防止する。

【解決手段】 陽イオン交換樹脂及び陰イオン交換樹脂を内蔵した混床式イオン交換器3に熱水を通水した後、原水を通水して脱イオン水を製造する。

【効果】 装置運転開始に当り、陽イオン交換樹脂及び陰イオン交換樹脂を内蔵した混床式イオン交換器を熱水で殺菌処理することにより、混床式イオン交換器からは破器に到るまで生菌が発生しないようになる。混床式イオン交換樹脂本来の除菌、殺菌性能により、流入する生菌をも殺菌し、混床式イオン交換器以降の系内を無菌状態に維持することができるようになる。



(2)

特開平9-253643

1

【特許請求の範囲】

【請求項1】 陽イオン交換樹脂及び陰イオン交換樹脂を内蔵した混床式イオン交換器に通水して脱イオン水を製造する方法において、該陽イオン交換樹脂及び陰イオン交換樹脂を内蔵した混床式イオン交換器に熱水を通した後、原水を該混床式イオン交換器に通水して脱イオン水を製造することを特徴とする脱イオン水製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は脱イオン水製造方法に係り、特に、混床式イオン交換器を用いて脱イオン水を製造するに当り、混床式イオン交換器の除菌、殺菌性能を有効に発揮させて、良好な処理水を得る方法に関する。

【0002】

【従来の技術】 混床式イオン交換器を利用した脱イオン水の製造システムの従来例を図1に示す。

【0003】 図1(a)は、医薬分野で用いられる精製水製造システムの系統図であり、原水（前処理水）は、タンク1及びポンプP<sub>1</sub>を経て逆浸透（RO）膜装置2及び混床式イオン交換器3で処理された後、タンク4、ポンプP<sub>2</sub>、熱交換器5、紫外線（UV）殺菌装置6及び限外濾過（UF）膜装置7よりなるサブシステムで処理され、ユースポイントに送給される。

【0004】 図1(b)は、半導体分野で用いられる超純水製造システムの系統図であり、原水となる純水（脱塩水）は、タンク1及びポンプP<sub>1</sub>を経てRO膜装置2で処理された後、タンク4、ポンプP<sub>2</sub>、熱交換器5、低圧UV酸化装置8、混床式イオン交換器3、UV殺菌装置6及びUF膜装置7よりなるサブシステムで処理され、ユースポイントに送給される。

【0005】 なお、これらのシステムにおいては、装置の運転開始に当り、サブシステムを熱水又は薬品により殺菌する。例えば、図1(a)に示す精製水製造システムにおいて熱水殺菌を行う場合には、タンク4内の水を熱交換器5で80～90℃に加熱した後、UV殺菌装置6及びUF膜装置7に通水する。このUF膜装置7の濃縮水及び透過水は系外へ排出する。また、ユースポイントからタンク4に到る配管は蒸気による滅菌処理が行われる。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】 上記従来の精製水製造システムでは、混床式イオン交換器の処理水に生菌が存在するため、サブシステムが短時間で生菌により汚染される。この生菌は、UV殺菌装置で完全に除去することはできず、時間の経過と共に、系内に生菌が増殖することとなる。

【0007】 即ち、混床式イオン交換器の混床式イオン交換樹脂には殺菌能力があり、精製水製造システムにお

2

いても混床式イオン交換器による殺菌効果は期待されるが、実際には、混床式イオン交換器の流出水中には生菌が存在し、この生菌数は、経時的に増加する傾向にある。

【0008】 この混床式イオン交換器の生菌は、樹脂の充填に当り、予め混床式イオン交換器のタンク（ベッセル）及び樹脂自体の殺菌を行っても発生し、通常の場合、混床式イオン交換器流出水中には10'～10<sup>4</sup>個/100cc程度の生菌が存在する。そして、この生菌数は運転時間の経過と共に増大する。この混床式イオン交換器における生菌の増殖の原因の詳細は明らかではないが、タンク（ベッセル）に樹脂を充填する際に生じる外部汚染によるものと推測される。

【0009】 このような混床式イオン交換器における生菌汚染は、図1(b)に示す超純水製造システムの混床式イオン交換器においても問題となっており、これらのシステムにおいて、混床式イオン交換器における生菌の発生を防止する方法の開発が望まれている。

【0010】 本発明は上記従来の問題点を解決し、混床式イオン交換器を用いて脱イオン水を製造するに当り、混床式イオン交換器での生菌の発生を防止すると共に、混床式イオン交換樹脂本来の除菌、殺菌性能を有効に発揮させて、良好な処理水を得る方法を提供することを目的とする。

【0011】

【課題を解決するための手段】 本発明の脱イオン水製造方法は、陽イオン交換樹脂及び陰イオン交換樹脂を内蔵した混床式イオン交換器に通水して脱イオン水を製造する方法において、該陽イオン交換樹脂及び陰イオン交換樹脂を内蔵した混床式イオン交換器に熱水を通した後、原水を該混床式イオン交換器に通水して脱イオン水を製造することを特徴とする。

【0012】 このように装置運転開始に当り、陽イオン交換樹脂及び陰イオン交換樹脂を内蔵した混床式イオン交換器を熱水で殺菌処理することにより、混床式イオン交換器は破過（イオンブレイク）に到るまで生菌を発生させることがない。そして、混床式イオン交換樹脂本来の除菌、殺菌性能により、流入する生菌も殺菌され、混床式イオン交換器以降の系内を無菌状態に維持することができるようになる。

【0013】

【発明の実施の形態】 以下に本発明の実施の形態を説明する。

【0014】 本発明においては、混床式イオン交換器に、原水を通水して脱イオン水を製造するに当り、混床式イオン交換器に陽イオン交換樹脂及び陰イオン交換樹脂を充填した後、熱水を通し、陽イオン交換樹脂及び陰イオン交換樹脂を内蔵した混床式イオン交換器を殺菌処理する。

【0015】 本発明において、この殺菌処理に用いる熱

(3)

特開平9-253643

3

水は、純水を加熱したものであることが好ましく、用いる熱水の温度は、殺菌効果の面から、60℃以上、好ましくは70℃以上、より好ましくは85℃以上であることが望ましい。

【0016】また、熱水の流通速度は $SV=2\sim100\text{ hr}^{-1}$ 程度とするのが好ましく、熱水による殺菌処理時間は15分以上、特に30分以上とするのが好ましい。

【0017】なお、本発明では、このように混床式イオン交換器に熱水を通水するために、系内の熱水と接触する部分、例えば、混床式イオン交換器のタンクや配管は、ステンレス等の耐熱性材料で構成する必要がある。

【0018】本発明の脱イオン水製造方法は、図1

(a)、(b)に示すような医薬向け精製水製造システム、半導体向け超純水製造システム、その他、混床式イオン交換器を用いて脱イオン水を製造する各種のシステムに適用することができる。

【0019】例えば、本発明を図1(a)に示す医薬向け精製水製造システムに適用する場合、次のようにして混床式イオン交換器の熱水殺菌を行うことができる。即ち、前述の如く、このシステムでは、装置の立ち上げに際し、80～90℃の熱水でサブシステム内の殺菌を行う。そして、この殺菌処理において、UF膜装置7の濃縮水及び透過水は系外へ排出する。本発明の適用に当たっては、このサブシステムの殺菌処理において、UF膜装置7の透過水(80～90℃の熱水)を系外に排出することなく、混床式イオン交換器3の入口側に循環して混床式イオン交換器3を熱水で殺菌する。このようにすることにより、サブシステムの殺菌と共に混床式イオン交換器の殺菌も行うことができる。この混床式イオン交換器3の流出水は系外へ排出しても良く、また、後段のタンク4に送給しても良い。

【0020】上記方法は本発明の実施の一例であって、混床式イオン交換器には、別途用意した純水を加熱して得られた熱水を通水するようにしても良い。

【0021】なお、本発明においては、タンクに陽イオン交換樹脂及び陰イオン交換樹脂を充填した後に当該混床式イオン交換器に熱水を通水するものであるが、混床式イオン交換器のタンク、並びに、このタンクに充填する陽イオン交換樹脂及び陰イオン交換樹脂もそれぞれ充填に先立ち殺菌処理して用いるのが好ましい。具体的には、タンクは、121℃以上の蒸気を10～30分間程度通して殺菌する。また、陽イオン交換樹脂及び陰イオン交換樹脂は、各々、60℃以上の熱水に15～60分間程度浸漬処理して殺菌する。

4

【0022】

【実施例】以下に実施例及び比較例を挙げて、本発明をより具体的に説明する。

【0023】実施例1、比較例1

図2に示す試験装置を用いて、原水(厚木市水)の処理を行った(処理水量0.5m<sup>3</sup>/hr)。

【0024】図2の試験装置は、原水を活性炭塔11で処理した後、タンク12を経てポンプ13でRO膜装置14に送って、RO膜分離処理し、透過水を熱交換器15を経て混床式イオン交換器16A、16Bに2等分して通水し、各々処理水を得るものである。

【0025】活性炭塔11の活性炭としては(株)クラレ製「クラレコールKW」を用い、RO膜装置14のRO膜としてはデサリ社製「SG4040C2H」(41inch)を4本用いた。また、混床式イオン交換器16A、16Bとしては、栗田工業(株)製「KWI EX-MG」(25L)を用い、 $SV=10\text{ hr}^{-1}$ に設定した。

【0026】混床式イオン交換器16A、16Bのイオン交換樹脂としては、各々、80℃の熱水に1時間浸漬した後、陽イオン交換樹脂：陰イオン交換樹脂=1：1で混合したものを用いた。

【0027】まず、混床式イオン交換器16A、16Bのタンクに上記イオン交換樹脂を充填する前に、配管17より130℃の蒸気を3kgf/cm<sup>2</sup>で2時間注入し、混床式イオン交換器16A、16Bのタンクを殺菌処理し、その後、イオン交換樹脂を充填した。

【0028】次に、運転を開始したが、この運転開始後1時間の間は、RO膜装置14の透過水を熱交換器15で80℃に加熱し、この加熱水を混床式イオン交換器16Aのみに通水した。

【0029】その後、RO膜装置14の透過水を熱交換器15で25℃に調整し、混床式イオン交換器16A、16Bに等通水量で20日間連続通水した。このような処理に当たり、RO膜装置の透過水(RO処理水)の生菌数と、混床式イオン交換器16A(実施例1)及び混床式イオン交換器16B(比較例1)の各処理水の生菌数及び比抵抗値の経時変化を調べ、結果を表1に示した。

【0030】表1より、混床式イオン交換器に樹脂を充填した後、熱水を通水することにより、樹脂の脱過に到るまで生菌の流出を防止できることがわかる。

【0031】

【表1】

(4)

特開平9-253643

5

5

| 運転開始<br>からの<br>経過日数 | RO処理水<br>生菌数<br>(個/100cc) | 実施例 1                |                 | 比較例 1                |                 |
|---------------------|---------------------------|----------------------|-----------------|----------------------|-----------------|
|                     |                           | 混床式イオン交換器<br>10Aの処理水 |                 | 混床式イオン交換器<br>16Bの処理水 |                 |
|                     |                           | 生菌数<br>(個/100cc)     | 比抵抗値<br>(MΩ・cm) | 生菌数<br>(個/100cc)     | 比抵抗値<br>(MΩ・cm) |
| 1日目                 | $6.3 \times 10^3$         | ND                   | 18.0<           | 159                  | 18.0<           |
| 5日目                 | $3.1 \times 10^4$         | ND                   | 18.0<           | $2.1 \times 10^4$    | 18.0<           |
| 10日目                | $3.5 \times 10^3$         | ND                   | 18.0<           | $5.5 \times 10^4$    | 18.0<           |
| 15日目                | $4.1 \times 10^3$         | ND                   | 18.0<           | $5.3 \times 10^4$    | 18.0<           |
| 20日目                | $2.5 \times 10^3$         | 70                   | 2.5             | $2.5 \times 10^4$    | 3.1             |

ND: 検出せず

【0032】

【発明の効果】以上詳述した通り、本発明の脱イオン水製造方法によれば、混床式イオン交換器を用いた脱イオン水の製造に当り、混床式イオン交換器における生菌の発生を防止すると共に、混床式イオン交換器による殺菌作用で、混床式イオン交換器から無菌水を取り出すことが可能となる。

【0033】このため、混床式イオン交換器の後段のUV殺菌装置を省略したり、或いは、サブシステムの殺菌処理の頻度を低減したりすることが可能となり、高水質の脱イオン水を低コストで効率的に製造することができるようになる。

【図面の簡単な説明】

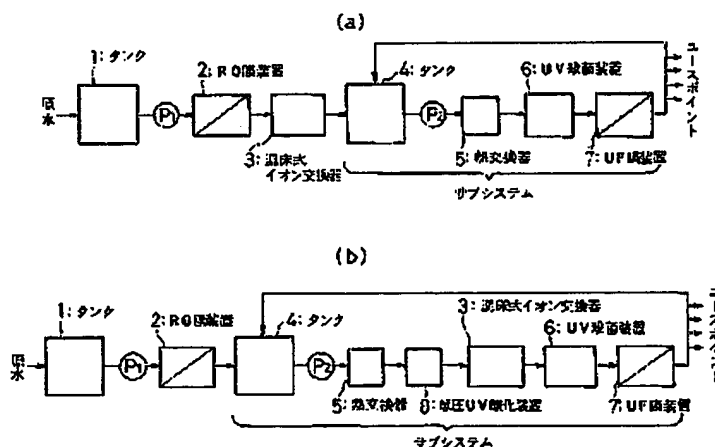
\*【図1】図1(a)は医薬分野で用いられる精製水製造システムの系統図、図1(b)は半導体分野で用いられる超純水製造システムの系統図である。

【図2】実施例1及び比較例1で用いた試験装置の系統図である。

【符号の説明】

- 1、4 タンク
- 2 RO膜装置
- 3 混床式イオン交換器
- 5 熱交換器
- 6 UV殺菌装置
- 7 UF膜装置
- \*30 8 低圧UV酸化装置

【図1】



(5)

特開平9-253643

【図2】

